

⑫ 特許公報(B2)

平1-30896

⑬ Int. Cl.

識別記号

庁内整理番号

⑭公告 平成1年(1989)6月22日

C 22 B 11/04
// C 22 B 3/007619-4K
H-7325-4K

発明の数 1 (全7頁)

⑮発明の名称 貴金属含有溶液からの貴金属抽出方法

⑯特 願 昭56-140220

⑰公 開 昭57-79135

⑱出 願 昭56(1981)9月5日

⑲昭57(1982)5月18日

優先権主張 ⑳1980年9月5日㉑イギリス(GB)㉒8028662

⑳発 明 者 リチャード・キース・ イギリス国ダブリュデー2 5 エーテイー・ハートフォ
レアードシエア・ワットフォード・リジエントストリート81番
地㉑発 明 者 ジュリアン・デビツ イギリス国バツキンガムシエア・シヤルフオントエステ
ド・エドワーズイ・ピーター・グラベルヒル・エリウイック(番地無し)㉒発 明 者 デイー・フレデリッ カナダ国オンタリオ・バーリングトン・タムラック・ドラ
ク・コルトンイブ5177番地㉓出 願 人 インコ・リミテッド カナダ国エム5 エックス1シー4 オンタリオ・トロント・
ファースト・カナディアン・プレイス1番地㉔代 理 人 弁理士 佐田 守雄
審 査 官 菅 谷 光 雄

1

2

㉕特許請求の範囲

1 金と白金金属含有価物を、塩化物含有水溶液から連続かつ選択的に分離する方法において、ルテニウムとオスミウムをそれらの四酸化物に酸化して前記溶液からそれら四酸化物を除去し、その溶液から溶媒抽出によつて金を選択除去し、硫化ジアルキルとリン酸トリブチルを夫々を用いて溶媒抽出によりその溶液からパラジウムと白金を選択除去し、その白金抽出は溶液中のイリジウムをその三価状態に還元した後に実施し、溶液中のイリジウムをその四価状態に再酸化して溶液から除去し、最後に残余溶液からロジウムを抽出する工程から成ることを特徴とする貴金属含有溶液からの貴金属抽出方法。

2 前記ルテニウムとオスミウムを臭素酸ナトリウムによつて夫々の四酸化物に酸化することを特徴とする特許請求の範囲第1項記載の方法。

3 ルテニウムとオスミウムの四酸化物を蒸留により除去することを特徴とする特許請求の範囲第1項もしくは第2項記載の方法。

4 金を、ジブチルカルビトールを用いて溶媒抽出

出により溶液から除去することを特徴とする前掲特許請求の範囲のいずれかに記載の方法。

5 前記パラジウムを白金より以前に抽出することを特徴とする前掲特許請求の範囲のいずれかに記載の方法。

6 前記パラジウムを、硫化ジ-n-オクチルを用いて溶液から抽出することを特徴とする前掲特許請求の範囲のいずれかに記載の方法。

7 前記イリジウムを、リン酸トリブチルを用いた溶媒抽出により溶液から選択除去することを特徴とする前掲特許請求の範囲のいずれかに記載の方法。

8 前記溶媒からのイリジウムの除去を、溶液を塩化アンモニウムで処理して塩化イリジウム酸アンモニウムを沈殿させて行なうことを特徴とする特許請求の範囲第1項乃至第6項のいずれかに記載の方法。

9 前記溶液からのロジウムの除去を、溶解したロジウムをギ酸で還元して行なうことを特徴とする前掲特許請求の範囲のいずれかに記載の方法。

発明の詳細な説明

この発明は、貴金属含有水溶液から、貴金属、即ち金および白金族の6金属、即ち白金、パラジウム、ロジウム、イリジウム、ルテニウムおよびオスミウム、のいくつか又はすべての抽出に関する。

白金族金属は、通常錯鉱石中に異なつた含有量で天然に存在している。白金族金属および金のその他の重大な供給源は、ニッケル-銅鉱石を精砕する際形成される濃縮物、例えば、銅の電解精製から生ずる陽極スライムあるいはニッケルの加圧カルボニル抽出から生ずる残留物がある。上記濃縮物には、銀と卑金属および不純物、通常、銅、ニッケル、鉄、セレン、テルル、ヒ素、アンチモン、スズ、鉛、ビスマスおよびシリカも含まれる。

精製により得られた天然鉱石から得られたかに関係なく、貴金属濃縮物中の貴金属有価物の回収が困難であることは広く知られている。これまでは、上記濃縮物の精製に際して、金、白金およびパラジウムの大半を王水で浸出溶解して先づ分離し、その他白金族金属をもし存在すれば銀とともに残すのが通例であつた。溶液を処理して金、白金とパラジウムを沈殿回収し、その他の貴金属は、鉛製練後選択浸出反応で回収していた。実際には、金属の分離は決して完全なものでなく、その結果、各金属を十分に洗浄しなければならなかつた。方法それ自体の高価、複雑に加えて、これにより、時間の長短はいずれにしても、中間生成物に相当の金額を要することになる。

このため、最近では、金、パラジウムと白金を含有する溶液からのそれら金属の溶媒抽出に相当関心が寄せられている。特定の金属に適当な抽出剤が種々示唆され、個々の沈殿工程に代えて従来法に使用されているものもある。溶媒抽出の主要な利点の1つは、充分選択性に富む溶媒を使用する場合には、スクラビング後の溶媒から得られる金属が市場価値のある純度をもっていることである。しかしながら、特定の方法に1以上の溶媒抽出工程を用いることには、大抵の溶媒には金、白金およびパラジウムを個個に選択する能力がないため、種々問題があつた。この方法で抽出した金、白金およびパラジウムには、その他の貴金属によつて汚染される危険もある。

この発明は、金と全ての白金族金属有価物が、それらを含有する溶液から、分離順序を慎重に制御した選択分離法によつて回収可能であるとの知見に基づくものである。

従つて、この発明は、金と白金族金属有価物を、その塩素含有水溶液から連続かつ選択的に分離する方法において、ルテニウムとオスミウムをそれらの四酸化物に酸化して、前記溶液からそれら四酸化物を除去し、その溶液から溶媒抽出によつて金を選択除去し、硫化ジアルキルとリン酸トリブチル (TBP) を夫々用いて溶媒抽出によりその溶液からパラジウムと白金を選択除去し、その白金抽出は溶液中のイリジウムをその三価状態に還元した後にのみ行ない、溶液中のイリジウムを四価状態に再酸化して溶液から除去し、最後に残余溶液からロジウムを抽出する工程から成ることを特徴とする方法を提供するものである。

この発明に係る方法の重要な特徴点は、最初にルテニウムとオスミウムを溶液から除くことである。もしこうしなければ、それら金属がその他抽出工程からの生成物を汚染することになり、それらの回収が事実上妨げられる。ルテニウムとオスミウムに好適な酸化剤としては、アルカリ金属の塩素酸塩、過塩素酸塩および臭素酸塩が挙げられる。溶液のpHは、酸化剤添加前に、0~2に調整するのが普通である。酸化剤の使用量は、ルテニウムとオスミウム全量をその四酸化物に酸化するのに必要な化学量論的量の7~10倍が適当である。前記四酸化物は、溶媒抽出か蒸留で溶液から除去する。この場合、容易性、効果、清潔の点で蒸留がのぞましい。蒸留の行なうに際しては、溶液を、減圧下に、その沸点よりわずかに低い温度 (90~95℃) に加熱する。揮発性ルテニウムとオスミウムの四酸化物は蒸留され、塩酸に捕捉され、硝酸処理でそれから回収し、次で再度蒸留してオスミウムをルテニウムから分離する。ルテニウムとオスミウムの回収は、従来法、即ちそれらの錯塩化物を塩化アンモニウムで沈殿し、次でその塩を強熱して金属化することによつても可能である。蒸留間、酸化反応は低下するが、溶液のpHは、酸化剤と溶液中の酸との反応につれて上昇する。この際、酸化剤として臭素酸ナトリウムの使用がのぞましい。臭素酸ナトリウムは、溶液のpHを約3~4に緩衝 (buffer) し、溶液中の殆どの卑金属

と少量の貴金属とを加水分解（従つて沈殿）するに有利だからである。溶液に比較的多量の卑金属が含まれている場合には、沈殿物を除去し、それを別個に処理してそれに包含されている貴金属を回収するのがのぞましい。なぜならば、溶液中に卑金属が存在すると、後続工程で抽出される金属が汚染される恐れがあるからである。溶液に含まれる卑金属の量が低い場合には、その溶液を再び酸性化して、沈殿物をその場で再溶解してもよい。少量の卑金属は、その後抽出される貴金属の純度には殆ど影響しない。

本方法の次の工程は、溶媒抽出による金の除去である。金抽出用には、水と混合しにくいアルコール、エーテルもしくはケトンが殆ど全て使用可能である。好ましい抽出剤としては、選択性に優れ、沸点が高く、入手容易なジブチルカルビトールが挙げられる。ジブチルカルビトールによる金の抽出は、連続向流多段法で行なうのがよい。次で、金を含有した溶剤を希塩酸でスクラビングして卑金属の不純物を除去し、シュウ酸水のような還元剤を用いてそのスクラビングした溶剤から直接金を還元する。ここで、「スクラビング」とは洗浄用流体（例えば希塩酸）と不純物含有流体とを直接接触させて不純物（例えば卑金属などの不純物）を除去する洗浄処理操作を意味する。（以下同じ）このようにして、少くとも純度99.95%の金を得られる。後続工程で抽出される金属の汚染を避けるためにも、溶液から金をその残存量が2ppmを割るまで除去することが重要である。金除去後のラフィネートを蒸留して、含有され溶解している溶媒を全て除き、再度酸性化して3～6Mの塩酸濃度にする。

パラジウムと白金の抽出順序は、白金抽出用溶媒（TBP）と共用する希釈剤次第で定まる。好適な希釈剤は、1，2，3-トリクロロプロパンのような塩素化炭化水素類又は第3相の形成を避けるようにイソデカノールで変性した、アイソパールMのようなエツソ製品で示される脂肪族炭化水素類がある。TBPは、塩素化希釈剤中ではパラジウムの存在下に白金を選択抽出するが、炭化水素希釈剤中では選択性を示さない。従つて、後者の希釈剤を使用する場合には、先づパラジウムを抽出すべきである。実際には、パラジウムより先に白金を除去しようとしても、白金が、わずか

ではあるがパラジウムに汚染されるのが常である。従つて、一般的には、先づパラジウムを除去するのがのぞましい。いずれの場合でも、溶液から白金を除去する以前に、存在するイリジウムを三価の状態に還元しなければならない。これは、TBPは四価のイリジウムを抽出するからである。前記還元は、溶液に SO_2 を添加して、そのレドックス電位が標準カロメル電極に対して約+500mVとなるまで行なう。溶液中のセレンウムは全て、この段階で沈殿させ、滷過して除去する必要がある。この処理により、溶液中の白金も二価の状態に還元される。

溶液からのパラジウム除去は、硫化ジアルキルを用い、溶媒抽出により行なわれる。硫化ジ- n -オクチルの使用がのぞましいが、その他の硫化ジアルキル、例えば硫化ジ- n -ヘキシル、硫化メチル- n -デシルおよび硫化第三-ブチル-デシルも使用できる。前記硫化アルキルを、シエルMBS210、シエルゾールT、又はエツソアイパールのような脂肪酸炭化水素溶剤に溶解するのがのぞましい。パラジウムの抽出速度は非常に遅いので、攪拌容器中でバッチ法に従つて実施される。有機抽出剤の水溶液に対する相率は、溶液中のパラジウム濃度に関して選定するのがのぞましい。反応速度の監視は水相のパラジウム濃度を繰返しテストする方法で実施し、攪拌は平衡が得られるまで継続する必要がある。一般的には、有機相を希塩酸でスクラビングして、スクラビングした有機相からアンモニア水でパラジウムを取り去る。パラジウム金属の回収は、パラジウム塩 $\text{Pd}(\text{NH}_3)_2\text{Cl}_2$ を塩酸で沈殿し、その塩を強熱して金属化する方法でも実施できる。この方法で、少くとも99.99%の純度のパラジウムを得られる。

白金の除去は、TBPを用いて溶媒抽出により実施する。TBPを上記希釈剤の一つと混合するのがのぞましい。抽出は、連続多段向流方法で行なうのがよい。抽出法での抽出剤と希釈剤の比率および相率の選択は、溶液の白金含量との関係でなされる。含有有機相を塩酸でスクラビングし、次で白金を水又は希釈度の高い（例えば0.1M）酸又はアルカリを用いて取り去る。白金金属の回収は、溶液に含まれる金属有価物を再酸化して白金（IV）にし、それを塩化白金酸アンモニウムに転化し、その塩を強熱して白金金属にする方法で

も実施できる。このようにして得られる白金の純度は、少くとも99.95%である。前記溶液を次で蒸留して、それに含有かつ溶解している溶媒を除去する。

次の段階はイリジウムの抽出である。(これは、白金又はパラジウムの存在下では実施できない。なぜならば、それらが存在するとイリジウムが汚染される恐れがあるからである)。イリジウムを抽出するためには、それを再酸化して四価状態にする必要がある。これは、塩素ガスを溶液中を通して、そのレドックス電位が+1000mVを越えるまで、泡立てる方法で行なわれる。イリジウムの回収は、白金の場合と同様な方法で、TBPを用い溶媒抽出により実施できる。スクラビング後、SO₂で飽和したHClのような還元剤を含有する溶液を用いてイリジウムを取り去る。イリジウム金属の回収は、塩化アンモニウム溶液を添加してヘキサクロロイリジウム酸アンモニウムを沈殿し、次でその塩を強熱して金属にすることによって行なうことができる。それに代えて、再酸化溶液からヘキサクロロイリジウム酸アンモニウムとして直接イリジウムを沈殿させることもできる。この塩から得られる金属は、わずかな卑金属や包含されているロジウムによつて汚染される可能性がある。

最後に、ロジウムを前記溶液から抽出する。ロジウムは白金金属中最後に除去する。なぜならば、その他金属の存在下にロジウムを除去しようとすれば、ロジウムが汚染されるからである。ロジウムの抽出は、溶液をギ酸又は亜鉛と塩酸のような還元剤で溶液を処理して、ロジウムブラックとして沈殿させて行なうこともできる。前記還元は、約90℃で行なうのがのぞましい。前記ロジウムブラックを従来法で精製する。

本発明に係る本法を実施例に関して詳述することとする。

実施例

溶液として、卑金属およびシリカとともに白金、パラジウム、ロジウム、ルテニウム、イリジウム、と金を溶解状態で含有する塩化物水溶液を使用した。この溶液には溶解したオスミウムも少量含まれているが、その濃度は測定しなかつた。しかしながら、オスミウムの反応はルテニウムとほとんど常に同一であるため、この実施例では、

ルテニウムの反応に関する記載には、オスミウムも含まれるものと理解すべきである。溶液の正確な組成を下記表1に示す。

この溶液150リットルを40%NaOH溶液で処理して、そのpHを1.7に上げた。pH調整間に、溶液温度は40℃に上昇した。

ルテニウム抽出

上記pH調整済み溶液に臭素酸ナトリウムの20% (重量/容積) 溶液22リットルを添加した。これら反応体を含む容器内圧力を大気圧よりわずかに下げ、温度を80℃に上げてルテニウム四酸化物を留去した。反応は2時間後に完了した。これまでに溶液のpHは4に上昇した。少量の卑金属が沈殿したが、溶液中の卑金属濃度が低かつたので (表1参照)、沈殿物は除去されなかつた。溶液を塩酸で再び酸性化して、塩酸中の溶液濃度を3Mとした。沈殿物は再酸性化の際溶解した。溶液の最終容積は240リットルであつた。そしてその組成は表1に示す通りであつた。

表から分るように、溶液中に当初から存在していたルテニウムのほとんど全量が除去されていた。ルテニウム四酸化物は塩酸中に捕捉され、それから上述のようにして回収された。

表 1

元素	処理前溶液 g/ℓ	ルテニウム除去 後溶液g/ℓ
Pt	33.35	20.47
Pd	33.76	20.72
Rh	3.98	2.15
Ru	3.52	<0.1
Ir	1.59	0.89
Au	6.70	4.09
Ag	<0.1	<0.1
Te	2.1	1.3
Sb	0.1	<0.1
Sn	<0.1	<0.1
Pb	1.0	0.7
Bi	0.1	<0.1
Cu	0.2	0.2
Zn	0.8	0.4
Ni	0.6	0.4

9

元素	処理前溶液 g/ℓ	ルテニウム除去 後溶液g/ℓ
Fe	0.5	0.6
As	0.36	0.28

5

金抽出

ルテニウム抽出からの再酸性化溶液123リットルを、相率（水性：有機）2.6：1で連続2段向流方法によつてジブチルカルビトールを用いて溶媒抽出した。（以下に示す相率は全て水性：有機である）。含有有機相を、相率2.4：1で3段向流方法によつて1.9Mの塩酸でスクラビングして、金とともに抽出された卑金属を除去した。スクラビング後、含有有機相を、1段バッチ法で、シュウ酸の10%（重量／容積）水溶液を用いて、70℃で2時間処理して金を還元した。金粉末が容器の底に沈降した。前記粉末を洗浄、乾燥後、分析試験した。金の純度は99.99%以上であつた。この金の純度は市場販売価値のあるものである。

ラフィネート（即ち、溶媒抽出後の水性相）とスクラップ液の組成は下記表2に示す通りである。

表 2

元素	ラフィネート 組成g/ℓ	スクラビング 液組成g/ℓ
Pt	19.57	0.51
Pd	20.48	0.07
Rh	2.12	0.004
Ru	<0.1	0.018
Ir	0.86	0.014
Au	<0.001	0.004
Ag	<0.1	0.007
Te	0.9	0.61
Sb	0.1	0.06
Sn	<0.1	0.05
Pb	0.3	<0.01
Bi	<0.1	<0.01
Cu	<0.1	<0.01
Zn	0.5	0.02
Ni	0.3	<0.01

10

元素	ラフィネート 組成g/ℓ	スクラビング 液組成g/ℓ
Fe	<0.1	0.89
As	0.18	

上記表から分るように、金はほとんど完全に溶液から除去されており、金の残量は1ppm以下であつた。金とともに鉄も若干抽出されたが、スクラビング法でジブチルカルビトールから除去された。ラフィネートを蒸留して、包含され溶解している溶媒を除去した。

パラジウム抽出

金抽出からの精製ラフィネート33リットルを濃塩酸で50リットルに希釈して、酸性度約6Mの溶液を得た。溶液の組成を下記表3に示す。その溶液を、1段バッチ法によつて、相率1：1で、シエルゾールTに硫化ジオクチルを溶解した20%（vol/vol）溶液を用いて抽出した。両溶液の混合物を3時間攪拌して沈降させた。含有有機相を、1：1の相率を用いて、バッチ法で3度スクラビングした。最初の2回のスクラビングでは等容積の濃塩酸と水を使用した。第3回目のスクラビングにおいて、液を夫々30分間攪拌して30分間沈降させた。1：1の相率で880アンモニア（比重0.880のアンモニア水溶液。約35%に相当。）の25%（vol/vol）水溶液を用いて、スクラビングした含有有機相からパラジウムを取り出した。各液を30分間かきまぜ、その後夜通し沈降させた。ストリップ液を流出させ、20%（重量／容積）HClに酸性化してPd(NH₃)₂Cl₂を沈殿させた。その塩を濾過し、水洗いし、乾燥し、次で強熱して金属化した。その金属を分析試験した結果、99.998%パラジウムであることが分つた。これは、市場価値のある純度をもつパラジウムであることを示している。

溶媒抽出前の原料溶液、抽出後のラフィネートおよびスクラビング液3種の組成が下記表3に示してある。

表

3

元素	原料溶液 g/ℓ	ラフィネート g/ℓ	スクラビング液1 ppm	スクラビング液2 ppm	スクラビング液3 ppm
Pt	12.48	12.33	37	<1	<1
Pd	13.37	0.001	<0.1	<0.1	<0.1
Rh	1.47	1.31	5	<0.1	<0.1
Ru	<0.1	<0.1	3	<0.1	1.3
Ir	0.57	0.55	<2	<2	<2
Au	<0.001	<0.001	<0.1	<0.1	<0.1
Ag	<0.1	0.04	<0.05	<0.05	<0.05
Te	0.5	0.52	測 定 せ ず		
Sb	<0.07	<0.05			
Sn	<0.07	<0.05			
Pb	0.3	0.13			
Bi	<0.07	<0.05			
Cu	0.07	0.07			
Zn	0.3	0.33			
Ni	0.2	0.21			
Fe	<0.07	0.06			
As	0.18	0.14			

白金抽出

原料溶液はパラジウム抽出からのラフィネートであつた。白金抽出に先立つて、溶液の電位を、
 SO₂の添加によつて、+710mVから+460mVに下げた。この電位降下中に、セレンが若干沈殿した。この沈殿物除去のため、溶液を濾過した。次で、前記溶液を、2.4：1の相率を用いて、連続3段向流方法により、1，2，3-トリクロルブ
 ロパンに溶解した40%（容積／容積）TBP溶液で抽出した。含有有機相を、4.8：1の相率を用いて連続2段向流方法により、5MのHClでスクラビングした。スクラビングした有機相を、次で、1.5：1の相率を用いて連続2段向流方法によつて、0.2MのHClでストリップした。そのストリップ液をそのもとの容積の約1/6に蒸発し、白金を塩素ガスで酸化して白金（IV）にし、過剰量の飽和NH₄Cl溶液を80℃で添加し、塩化白金酸アンモニウムを沈殿した。混合物を冷却し、次
 で白金塩を濾過し、洗浄し、強熱して白金金属にした。その金属を分析試験した結果、99.99%以上の純度であることが判明した。この白金は市場性の純度をもつものである。原料溶液、抽出後の

ラフィネート、スクラビング液およびストリップ液の組成を下記表4に示す。

表

4

元素	原料溶液 g/ℓ	ラフィネート g/ℓ	スクラビング液 g/ℓ	ストリップ液 g/ℓ
Pt	12.39	0.004	2.58	6.16
Pd	0.001	0.001	<0.002	<0.002
Rh	1.34	1.56	0.003	<0.0015
Ru	<0.1	<0.1	0.014	0.012
Ir	0.54	0.55	0.023	<0.02
Au	<0.001	<0.001	0.001	<0.002
Ag	0.028	0.035	0.007	<0.001
Te	0.6	0.23	<0.005	0.06
Sb	0.08	<0.005	<0.005	<0.01
Sn	<0.05	<0.005	<0.005	<0.01
Pb	0.08	0.07	<0.005	<0.01
Bi	<0.05	0.01	<0.005	<0.01
Cu	0.06	0.05	0.02	<0.01
Zn	0.3	<0.005	0.19	0.1

13

元素	原料溶液 g/l	ラフィネート g/l	スクラビング液 g/l	ストリップ液 g/l
Ni	0.2	0.23	<0.005	<0.01
Fe	<0.05	<0.005	<0.005	<0.01
As	0.14	—	—	—

表から分るように、白金はほとんど完全に溶液から除去されている。

ラフィネートを蒸留して、そこに包含、溶解している溶媒を除去した。

イリジウム抽出

原料溶液として、白金抽出からの精製ラフィネートを使用した。イリジウム回収用溶媒抽出および沈殿方法について述べる。

溶液からのイリジウム回収に先立つて、溶液のレドックス電位が約+1000mVに上昇するまで、溶液中に塩素を吹きこんだ。

(a) 溶媒抽出：3段バッチ法により、1：1の相率で、白金の場合と同じ抽出溶液を用いて、抽出を行なった。ラフィネート中のイリジウム濃度は0.013g/lで、ロジウムは抽出されなかった。含有有機相を、1：1の相率で、6MのHClを用いて1段バッチ法によつて、スクラビングした。スクラビング液中には、イリジウムは認められなかった。スクラビングした有機相を、1：1の相率で、1段バッチ法により、SO₂で飽和した0.23MのHClでストリップした。ストリップ液を沸騰して濃縮し、次でそれを飽

14

和NH₄Clの過剰溶液で処理して塩化イリジウム酸アンモニウムを沈殿させ、このようにしてイリジウム金属を回収できる。その塩を濾過し、洗浄し、強熱して金属化する。

5 (b) 沈殿：酸化した原料溶液に飽和NH₄Cl溶液1.1リットルを添加した。粗塩化イリジウム酸アンモニウムを沈殿、濾過し、NH₄Clの希釈溶液で洗浄した。濾液中のイリジウム残量は33ppmで、これは溶媒抽出のラフィネート中の前記量の2倍以上であつた。溶媒抽出法は、生成イリジウム塩が高純度である点でも好ましい。沈殿からのイリジウム塩の場合は、さらに精製しなければ、市場性の純度をもつイリジウム金属は得られない。

15 ロジウム抽出

イリジウム抽出からの溶液を処理して、ギ酸による還元でロジウムを回収した。前記還元を90℃で、溶液が無色になるまで続行した。ロジウム金属の不純形態であるロジウムブラックが沈降した。ロジウムブラックを従来法で精製して、市場性ある純度のロジウムが得られた。

ルテニウムとオスミウムを第1工程で除去することの重要性を実験的に説明するために、上述した金、パラジウムおよび白金抽出工程を、ルテニウムとオスミウムを最初に除去しないで繰返した。金とパラジウムは不当に汚染されることはなかったが、生成白金の純度は99.95%に過ぎず、320ppmのオスミウムによつて汚染されていた。